

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-183124

(43)Date of publication of application : 14.07.1998

(51)Int.Cl. C09K 21/10
C08K 5/16
C08L 23/00
C08L101/00

(21)Application number : 09-351206

(71)Applicant : MONTELL NORTH AMERICA INC

(22)Date of filing : 19.12.1997

(72)Inventor : CICCHETTI OSVALDO
BEVILACQUA ALFONSO
PAGLIARI ALBERTO

(30)Priority

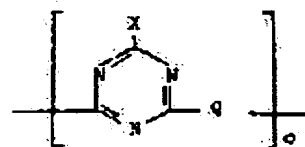
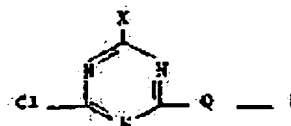
Priority number : 96MI 2677 Priority date : 19.12.1996 Priority country : IT

(54) PRODUCTION OF FLAME-RETARDANT FOR POLYMER COMPOSITION AND FLAME-RETARDANT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To simply obtain the subject flame-retardant exhibiting high flame retardance and reduced in blooming due to moisture because of low water soluble property in one step from inexpensive phosphorous compound by reacting a specific organic nitrogen compound with phosphorus pentoxide and water.

SOLUTION: This method for producing a flame-retardant comprises reacting (A) an organic nitrogen compound selected from a cyclic compound (A1) having imino in a cyclic structure, a compound (A2) of formula I [R1 to R6 are each H, a halogen, etc.; (n) is 1-12], a compound (A3) of formula II (Q is piperazine-1,4-diyl, etc.; X is a heterocyclic group containing N atoms in which one N atom is bonded to triazine ring), a compound (A4) of formula III [(o) is 2-50] and a mixture (A5) of one or more kinds of components A1 to A4 containing 2-70wt.% compound (Z) comprising malamine, dicyandiamide, acetoguanamine or benzoguanamine with the compound Z with (B) phosphorus pentoxide and (C) water in such an amount that molar ratios of the components C/B and the components A/(B+C) become each 1-3 and 0.1-1.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

03.12.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

JP-A-10-183124

published on July 14, 1998

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-183124

(43) 公開日 平成10年(1998) 7月14日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

F I

C 0 9 K 21/10

C 0 9 K 21/10

C 0 8 K 5/16

C 0 8 K 5/16

C 0 8 L 23/00

C 0 8 L 23/00

101/00

101/00

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平9-351206

(22) 出願日 平成9年(1997)12月19日

(31) 優先権主張番号 M I 9 6 A 0 0 2 6 7 7

(32) 優先日 1996年12月19日

(33) 優先権主張国 イタリア (I T)

(71) 出願人 593029053

モンテル ノース アメリカ インコーポ
レーテッドMontell North Ameri
ca Inc.アメリカ合衆国、19850-5439 デラウエ
ア、ウィルミントン、センタービル ロ
ード 2801、スリー リトル フォールズ
センター

(72) 発明者 オスヴァルド チッチェッティ

イタリア、ミラノ 20156、ヴィア サブ
リ 57

(74) 代理人 弁理士 野河 信太郎

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリマー組成物用難燃剤の製造方法および難燃剤

(57) 【要約】

【解決手段】 (A) 特定の1種以上の有機窒素化合物を(B) P₂ O₅ および(C) 水と反応させることによ
るポリマー組成物用難燃剤の製造方法、ならびにこのよ
うにして得られる難燃剤およびそれを含有するポリマー
組成物を提供する。

【効果】 低コストの磷化合物(P₂ O₅)を用いる1
段階の合成が要るだけで、磷酸類あるいはそれらの塩の
製造の予備段階が省略できる。また、ビヘラジンおよび
メラミンのような2種以上の有機窒素化合物を含む難燃
剤を1段階で製造することができる。得られた難燃剤
は、高い難燃活性を有することに加えて、非常に低い水
への溶解度を有する。

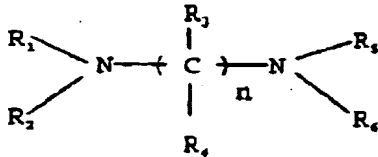
1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 環状構造に少なくとも1つの>N-H基を有する環状化合物類(A₁)；

式：

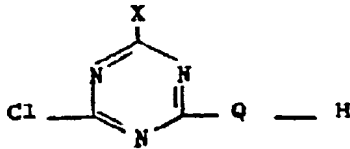
【化1】



(式中、nは2～12の整数、R₁～R₆は同一または異なって、水素原子、ハロゲン原子、直鎖状もしくは分枝鎖状のC₁～C₁₀のアルキル基、C₃～C₂₀のシクロアルキル基、C₆～C₂₀のアリール基またはC₇～C₂₀のアリールアルキル基もしくはアルキルアリール基であり、これらのアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アリールアルキル基およびアルキルアリール基はハロゲン原子で置換されていてもよい)で表される化合物類(A₂)；

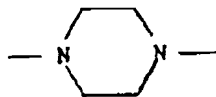
式：

【化2】



【式中、Qは-N-(CH₂)_m。-N-(ここでmは2～6の整数)または式：

【化3】

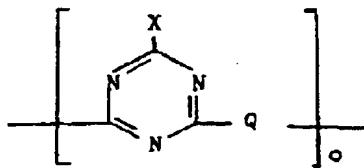


で表されるピペラジニル基、Xは少なくとも1つの窒素原子を含み、かつその窒素原子の1つによりトリアジン環に結合している複素環基)で表される化合物類

(A₃)；

式：

【化4】



【式中、oは2～50の整数、XとQは前記の化合物(A₃)について記載されたのと同意義)で表される化合物類(A₄)；または1種以上の(A₁)から

2

(A₄)までの化合物とメラミン、ジシアンジアミド、アセトグアナミンもしくはベンゾグアナミンからなる群から選択された1種以上の付加的化合物との混合物(A₅)、但し前記の付加的化合物は混合物(A₅)の全重量に対して2～70重量%の範囲にある；からなる群から選択された1種以上の有機窒素化合物；

(B) P₂O₅；(C) H₂O；

の反応からなり、前記の反応成分(C)/(B)のモル比が1～3の範囲で、かつ前記の反応成分(A)/[(B)+(C)]のモル比が0.1～1の範囲で用いられる難燃剤の製造方法。

【請求項2】 化合物類(A₅)を表す式のoが、5～20の整数である請求項1記載の製造方法。

【請求項3】 付加的化合物が、混合物(A₅)の全重量に対して5～50重量%の範囲である請求項1記載の製造方法。

【請求項4】 反応成分(C)/(B)のモル比が1.5～2.5の範囲で、かつ反応成分(A)/[(B)+(C)]のモル比が0.3～0.8の範囲である請求項1記載の製造方法。

【請求項5】 水〔成分(C)〕が、1種以上の有機窒素化合物〔成分(A)〕の水和水として加えられる請求項1記載の製造方法。

【請求項6】 水が、ピペラジン水合物の形態で加えられる請求項5記載の製造方法。

【請求項7】 成分(A)、(B)および(C)を反応ゾーンに供給する間、反応物が100℃未満の温度に維持される請求項1記載の製造方法。

【請求項8】 成分(A)、(B)および(C)の間の反応が実質的に完了したとき、反応系が70℃以上の温度にされる請求項1記載の製造方法。

【請求項9】 成分(A)、(B)および(C)の供給が完結した後、反応ゾーンに脱水剤が添加される請求項1記載の製造方法。

【請求項10】 請求項1に記載の方法で得られる難燃剤。

【請求項11】 請求項1に記載の方法で得られる難燃剤を有効量含有するポリマー組成物。

40 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、特定の有機窒素化合物をP₂O₅および水と反応させることによる、ポリマー組成物(特にポリオレフィン類)用難燃剤の製造方法、ならびにこのようにして得られる難燃剤およびそれを含有するポリマー組成物に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】容易に燃焼し得るポリマー、なかでもポリプロピレン、ポリエチレンおよびポリスチレンのようなポリオレフィン類

50

は、火炎に接触したときに膨張を形成するような有機添加剤を添加することによって、耐燃焼性にできることが知られている。この膨張は、膨張した不燃性の炭質材料の層を形成し、これが火炎とポリマーの間に障壁を形成し、それによって燃焼を遮断する。

【0003】代表的な上記の有機添加剤は、第一もしくは第二アミノ基を有し、好ましくは環状の1種以上の窒素化合物と1種以上のアンモニウムもしくはアミノホスフェートを含むか、あるいは1種以上の上記の有機窒素化合物のホスフェートおよび任意に1種以上のアンモニウムもしくはアミノホスフェートを含む。ここで、一般用語「ホスフェート」は、オルトリン酸塩類、ピロリン酸塩類およびポリリン酸塩類のようなリン酸類から得られる塩類のすべてのタイプを意味する。

【0004】上記の添加剤の具体例は、米国特許第4,193,945号および同第4,599,375号に記載されている。特に有効なのは、米国特許第4,599,375号に記載されているピペラジンホスフェート類をベースにした難燃剤である。上記の特許の実施例に示されているように、ピペラジンホスフェート類は通常、ピペラジンを対応するリン酸（例えば、オルトリン酸のような）と反応させるか、または調製されたpHのもとで対応する無機塩と反応させて製造される。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、ピペラジンおよび／または他の有機窒素化合物、P、O、および水を反応させることによる難燃剤の製造方法を完成した。本発明の方法の利点は、この方法により得られる難燃剤が、所望の粒径を得るために事前の粉碎操作をする場合のあること以外は、いかなる処理をも要することなしに、耐火性のポリマー組成物の製造において、直接利用することができるということである。したがって、本発明の方法によりもたらされる有利な簡略化は、公知の方法に比べて、低コストのリン化合物（P、O、）を用いる1段階の合成が要るだけで、リン酸類あるいはそれらの塩の製造のための予備段階を省略できるという点において明らかである。

【0006】さらに、上記の方法によれば、例えば、ピペラジンおよびメラミンのような2種以上の有機窒素化合物を含む難燃剤を1段階で製造することができる。このようにして得られた難燃剤は、出発原料として1種以上の有機窒素化合物のホスフェート類からなり、本発明の別の目的をも構成するものと考えられる。本発明の特に驚くべき点は、上記の難燃剤が高い難燃活性を有することに加えて、水への溶解度が非常に低いという事実により示される。

【0007】したがって、本発明の難燃剤は、この仮定がもちろん限定的な意味をもつものではないが、出発原料の有機窒素化合物のポリリン酸塩類からなるものと考えられる。ポリリン酸塩類が低い溶解度を有することは公知

の事実である。明らかに、本発明の難燃剤の低い溶解度は、顕著な利点を構成する。なぜならば、難燃剤を含有するポリマー組成物が湿気に曝されたとき、ポリマー組成物からの難燃剤の抽出現象およびブルーミングが減少するからである。

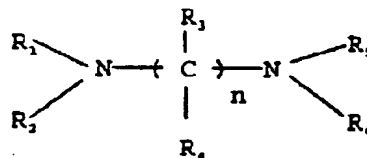
【0008】かくして、本発明によれば、

(A) 環状構造に少なくとも1つの>N-H基を有する環状化合物類(A₁)；

式：

【0009】

【化5】

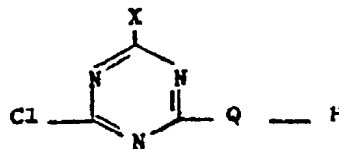


【0010】(式中、nは2～12の整数、R₁～R₄は同一または異なって、水素原子、ハロゲン原子、直鎖状もしくは分枝鎖状のC₁～C₂₀のアルキル基、C₃～C₂₀のシクロアルキル基、C₆～C₂₀のアリール基またはC₇～C₂₀のアリールアルキル基もしくはアルキルアリール基であり、これらのアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アリールアルキル基およびアルキルアリール基はハロゲン原子で置換されていてもよい)で表される化合物類(A₂)；

式：

【0011】

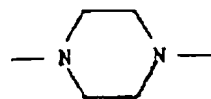
【化6】



【0012】(式中、Qは-N-(CH₂)_m-N- (ここで、mは2～6の整数) または式：

【0013】

【化7】

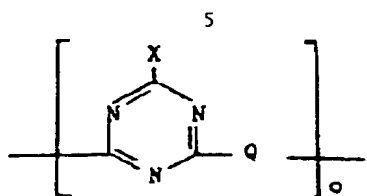


【0014】で表されるピペラジニル基、Xは少なくとも1つの窒素原子を含み、かつその窒素原子の1つによりトリアジン環に結合している複素環基)で表される化合物類(A₃)；

式：

【0015】

【化8】



【0016】〔式中、 o は2～50、好ましくは5～20の整数、 X と Q は前記の化合物（ A_1 ）について記載されたのと同意義〕で表される化合物類（ A_1 ）；または1種以上の（ A_1 ）から（ A_1 ）までの化合物とメラミン、ジシアジアミド、アセトグアナミンもしくはベンゾグアナミンからなる群から選択された1種以上の付加的化合物との混合物（ A_1 ）、但し前記の付加的化合物は混合物（ A_1 ）の全重量に対して2～70重量%、好ましくは5～50重量%の範囲にある；からなる群から選択された1種以上の有機窒素化合物；

（ B ） P_2O_5 ；

（ C ） H_2O ；

の反応からなり、前記の反応成分（ C ）／（ B ）のモル比が1～3、好ましくは1.5～2.5の範囲で、かつ前記の反応成分（ A ）／〔（ B ）＋（ C ）〕のモル比が0.1～1、好ましくは0.3～0.8の範囲で用いられる難燃剤の製造方法が提供される。

【0017】また、本発明によれば、上記の方法で得られる難燃剤が提供される。

【0018】さらに、本発明によれば、上記の方法で得られる難燃剤を有効量含有するポリマー組成物が提供される。

【0019】

【発明の実施の形態】化合物（ A_1 ）の具体例としては、ピペラジン、モルホリン、エチレン尿素、チオ尿素、1,4-ビス（2-ヒドロキシプロピル）ピペラジン、イソシアヌル酸エステル、特にトリス（2-ヒドロキシエチル）イソシアヌレート、ピペラジン-3,6-ジオン、ヒダントインなどが挙げられる。

【0020】化合物（ A_1 ）の式における R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 は、好ましくは水素原子である。化合物（ A_1 ）中の任意の置換分としてのハロゲン原子は、好ましくは塩素原子および臭素原子である。化合物

（ A_1 ）の具体例としては、エチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、テトラエチレンジアミンなどが挙げられる。

【0021】化合物（ A_1 ）の式における X は、好ましくはモルホリンである。化合物（ A_1 ）の具体例としては、2-クロロ-4-モルホリノ-6-ピペラジニルトリアジンなどが挙げられる。

【0022】化合物（ A_1 ）の式における X は好ましくはモルホリンであり、 Q は好ましくは上記のピペラジニル基である。

【0023】反応系に加える水〔成分（ C ）〕の量は、

その場で磷酸塩類を形成するため、成分（ B ）との反応に必要な量である。水〔成分（ C ）〕は、遊離の形態および／または水和化合物として加えることができる。特に、1種以上の以下の形態で加えることができる。

・水それ自体（遊離の形態）として

・例えば、ピペラジン水和物のような1種以上の有機窒素化合物〔成分（ A ）〕の水和水、特に結晶水として

・リン酸三ナトリウムまたは硼砂のような水和塩の水、特に結晶水として

【0024】反応成分を添加するために用いられる順序および方法は、成分（ B ）と（ C ）との間の反応による過剰な発熱現象を避けなければならないという注意を除いては特に限定されない。反応物は、成分（ A ）、

（ B ）および（ C ）を反応ゾーンに供給する間、100℃未満で、例えば20℃以上の温度、特に20～90℃の温度に維持することが好ましい。

【0025】反応器としては、リボン型攪拌機を備えた粉末混合機のような公知の粉末混合機を用いることができる。

【0026】成分（ A ）、（ B ）および（ C ）の間の反応は、固相、液相（溶液あるいは熔融相）または固液混合相で起こり得る。また、操作は連続段階で行うことができ、各段階はそれぞれ固相、液相または固液混合相のいずれでも行うことができる。成分（ A ）、（ B ）および（ C ）の間の反応が実質的に完了したとき、すなわち反応物がもはやほとんど熱を生じなくなったときに、反応系を70℃以上の温度（例えば、100～180℃）にすることが好ましい。反応系は、前記の温度で30分間以上、例えば2～3時間のように3時間まで維持することが好ましい。

【0027】本発明の方法のさらなる利点は、組成物の難燃性を改良するために、上記の合成の間あるいは後で、他の粉末添加物、例えば、 TiO_2 、 ZnO 、 SiO_2 などの金属酸化物、珪酸、磷酸ナトリウム、磷酸カリウム、硫酸ナトリウム、硫酸カリウム、珪酸ナトリウム、珪酸カリウムのような磷酸塩類、無機の硫酸塩類および珪酸塩類、メラミンホスフェートのようなアミンホスフェート類を加えられることである。また、酸化剤、安定剤、酸中和剤、充填剤、脱水剤（すなわち、ゼオライトまたは脱水塩のような脱水剤）およびそれらの混合物のような他のタイプの添加剤を加えることもできる。

【0028】特に、脱水剤は、反応ゾーンでの成分（ A ）、（ B ）および（ C ）の供給終了時（すなわち、前記の供給が完了したとき）に添加するのが好ましく、この脱水剤の添加によって、組成物の難燃性を向上させることができる。脱水剤は、反応物の全重量に対して1～20重量%の範囲の量を添加するのが好ましい。

【0029】さらに、本発明の方法は、液体あるいは気体の形態の、好ましくない副生成物またはいかなるタイプの流出液をも生成しない。

【0030】本発明の難燃剤を含有するポリマー組成物を製造するために用いることができるポリマーとしては、式： $R-CH=CH_2$ （式中、Rは水素原子、炭素原子1～6のアルキル基またはアリール基）のオレフィン類の機械混合または連続重合により得られるポリマー類およびコポリマー類、あるいはこれらの混合物から選択される。

【0031】特に、前記のポリオレフィン類としては、以下のものが挙げられる。

(1) アイソタクチックまたは主としてアイソタクチックのポリプロピレン；

(2) 高密度ポリエチレン(HDPE)、直鎖状低密度ポリエチレン(LLDPE)および低密度ポリエチレン(LDPE)；

(3) プロピレンと、エチレンおよび/または例えば、1-ブテン、1-ヘキセン、1-オクテンおよび4-メチル-ペンテンのような他の α -オレフィン類との結晶性コポリマー；

【0032】(4) エチレン/ α -オレフィン弾性コポリマー類、および少ない比率のジエンを含有するエチレン/ α -オレフィン/ジエン弾性ターポリマー類（ここで、 α -オレフィンは、プロピレン、1-ブテン、1-ペンテン、1-ヘキセン、4-メチル-1-ペンテンおよび3-メチル-1-ブテンから選択されるのが好ましい）、（上記の弾性ターポリマー類中に最も一般的に存在するジエンの例は、ブタジエン、エチレン-ノルボルネンおよび1,4-ヘキサジエンである）；

(5) 上記の(3)に記載のプロピレンホモポリマーあるいはコポリマーからなる部分と、上記の(4)に記載*

(A) メラミン

(B) 無水リン酸(P_2O_5)

(C) ビベラジン水和物(3.5重量% H_2O)

28.98 kg

41.17 kg

29.84 kg

ダブルリボン型攪拌機および加熱あるいは冷却用液体を循環するためのジャケットを有するステンレス鋼製の混合機からなる反応器中で操作を行った。

【0037】粉末化したメラミンを（反応中の揮発物の損失を防ぐための蓋を備える）混合機に予め供給した。次いで、粉末化した無水リン酸を、その無水リン酸による水分吸収を最小にするよう、攪拌下、窒素気流中ですばやく加えた。次いで、混合機を最良の状態に封止するために供給装置の口を閉じた。ビベラジン水和物（それは45～55℃で溶融する）を、内容物の液体状態を維持するために60℃まで加熱することができるタンク中に、液体状態で（一度あるいは段階的に充填することにより）予め供給し、そこからビベラジン水和物をポンプで汲み上げ、かつ反応物に噴霧できるようにした。

【0038】この時点において、連続的に攪拌され、かつ窒素気流下に保持された粉末混合物に、ビベラジン水和物を供給する（噴霧する）ことにより反応を開始した。反応を促進するために、前記の添加は、以下の反応

*の弾性コポリマー類およびターポリマー類からなる部分とからなる、機械混合または連続重合により得られる異種相の(heterophasic)ポリマー類；

(6) 例えば、ポリイソブレンおよびポリブタジエン、ポリシクロペンテン、ポリノルボルネンのようなジオレフィン類あるいはシクロオレフィン類から得られるポリマー類；

(7) ポリスチレン

【0033】一般に用いられるポリマー類の他の具体例としては、ポリアミド樹脂、ポリウレタン（ポリエステルおよびポリエーテル）、ポリエチレンテレフタレートおよびポリブチレンテレフタレート、ならびにアクリロニトリル-ブタジエン-スチレン共重合体(ABS)およびアクリロニトリル-スチレン共重合体(SAN)などが挙げられる。

【0034】上記の方法で得られる本発明の難燃剤は、組成物の全重量に対して5～50重量%、好ましくは15～35重量%の範囲の量で、ポリマー組成物に加えることができる。このポリマー組成物は、例えば乾燥混合機中でポリマーを他の成分と混合し、顆粒状物を得るために最も適した温度に制御された押出機で混合物を押出すというような公知の方法によって製造することができる。

【0035】

【実施例】本発明を以下の実施例によりさらに具体的に説明するが、これらが本発明の範囲を限定するものではない。

【0036】（実施例1）下記の反応成分を用いた。

物の温度範囲を有する3段階で行った。

第1段階 25～40℃

第2段階 42～60℃

第3段階 65～80℃

【0039】（第1段階）形成しうる付着物を減少させるために、できるだけ噴霧物が混合機の壁面に到達しないように、広い分布の噴霧系で、ビベラジン水和物の1/3(9.95 kg)を連続的に供給した。供給速度は、反応物の温度を25～40℃の間に維持するように調整した。この操作は、30～60分間で十分であった。反応終了時、反応物の温度を80℃とし、無水リン酸と反応しなかったビベラジン水和物の蓄積（これは次の段階で急激な過熱の要因となり得る）を除去するために、約30分間この温度に維持した。このあと、反応物の温度を42℃に下げた。

【0040】（第2段階）この時点で、反応物を42～60℃の間の温度に維持する以外は前記と同様の方法で、反応物にビベラジン水和物のさらに1/3(9.9

5 kg)を加えた。次いで、反応物の温度を90～95℃に上げ、30～40分間この温度を維持し、その後、第3段階の開始前に65℃に下げた。

【0041】(第3段階)次いで、反応物を65～80℃の間の温度に維持する以外は前記と同様の方法で、反応物に残りの1/3のビベラジン水和物(9.95 kg)を加えた。添加終了時に、加熱系が許容しうる最高にまで(150～160℃まで)反応物の温度を徐々に上げ、3時間この温度を維持した。次いで、反応物を冷却し、微粉碎工程に付すために混合機から排出した。

【0042】(実施例2)上記の混合機に、粉末化したメラミンの約半分(11 kg)、ビベラジン3.1 kgおよび粉末化したP₂O₅ 6 kgを窒素気流下で供給した。次いで、混合機を閉じ、内容物を混合するために15分間、内容物を攪拌下に保持した。次いで、連続的に混合されかつ窒素気流下に保持されている粉末混合物に、予め混合しておいたビベラジン水和物(30 kg)と残りのメラミン(11.3 kg)を供給することにより、反応を開始した。供給は約3時間で行い、反応物の温度が90℃を越えないようにした。供給が完了した後、反応物を攪拌下、80～90℃で30分間維持し、その後、温度を150～160℃に上げ、2時間この温度を維持した。次いで、反応物を冷却し、混合機から排出した。

【0043】(実施例3)ビベラジン水和物と残りのメラミンの供給が完了した後、反応物の全重量の7重量%の無水リン酸三ナトリウムを反応物に加えること以外は、実施例2と同様にして反応を行った。

【0044】(実施例4)ビベラジン水和物と残りのメ*

*ラミンの供給が完了した後、反応物の全重量の7重量%の脱水用ゼオライトを反応物に加えること以外は、実施例2と同様にして反応を行った。

【0045】(難燃性試験)前記の実施例で得られた各々の生成物の26重量%と、12 g/10分間の溶融流量(ASTM D1238 Lによる)を有するポリプロピレン ホモポリマー Moplen F30G〔モンテル イタリア エス. ピー. エー. (Montell Italia S.p.A.)より市販〕とを、2軸押出機中で混合し、このようにして得られた顆粒を、230℃でプレスを用いていくつかのブラックを成形するために用いた。

【0046】前記のブラックについて、試料が連続して燃焼するために必要な窒素との混合ガス中の酸素の最小割合を表す酸素指数(ASTM-D2863によるL. O. I.)を測定すること、およびプラスチック材料の消火する程度を与えるUL-94規格〔米国保険業者研究所(Underwriters Laboratories-USA)により発行〕を適用することにより、難燃性の程度を測定した。前記の規格の適用にあたって「垂直燃焼試験」を用い、試料の燃焼時間および燃焼粒子の落下の有無によって、94 V-0、94 V-1および94 V-2の3段階に材料を分類した。前記の方法は、垂直位置においた試料の点火を含む。すなわち、試料の下端付近に火炎を置き、かつ2回それぞれ約10秒間ずつ接炎した。これらの結果を以下の表1に示し、各試料についてそれぞれの試料が含む難燃剤の調製に関する実施例を挙げる。

【0047】

【表1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4
L. O. I.	32	34.2	36.4	39.7
UL94*	V-0	V-0	V-0	V-0

*試料の厚さ: 3.2 mm

【0048】

【発明の効果】本発明のポリマー組成物用難燃剤の製造方法は、(A)特定の1種以上の有機窒素化合物を
(B)P₂O₅ および(C)水と反応させることからなる。したがって、低コストの燐化合物(P₂O₅)を用いる1段階の合成が要るだけで、燐酸類あるいはそれら

40 の塩の製造の予備段階が省略できる。

【0049】また、本発明の方法によれば、ビベラジンおよびメラミンのような2種以上の有機窒素化合物を含む難燃剤を1段階で製造することができる。このようにして得られた難燃剤は、高い難燃活性を有することに加えて、非常に低い水への溶解度を有する。

フロントページの続き

(72)発明者 アルフォンソ ベヴィラクア
イタリア、ミラノ 20142、ヴィア オル
ランド 16

(72)発明者 アルベルト バグリアリ
イタリア、ミラノ 20133、ヴィア ヴァ
ルヴァッソリ ベロニ 75